

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 5 - 2 1 7 9 1 0

(43) 公開日 平成 5 年 (1 9 9 3) 8 月 2 7 日

(51) Int. Cl. ⁵

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

H01L 21/205

7454-4M

F27D 1/12

F 7516-4K

H01L 21/31

B 8518-4M

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平 4 - 2 0 2 1 4

(22) 出願日 平成 4 年 (1 9 9 2) 2 月 5 日

(71) 出願人 0 0 0 0 0 2 3 6 9

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿 2 丁目 4 番 1 号

(72) 発明者 関 哲也

長野県諏訪市大和 3 丁目 3 番 5 号セイコー

エプソン株式会社内

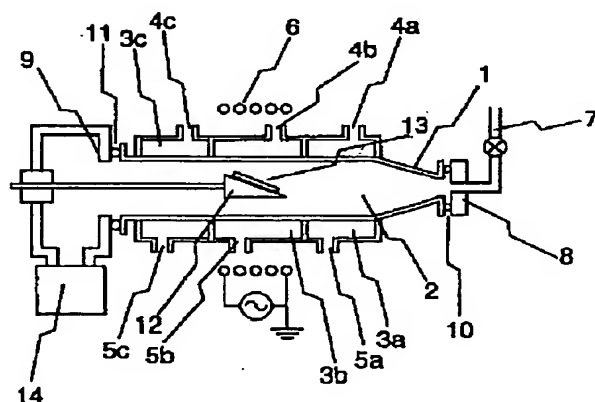
(74) 代理人 弁理士 鈴木 喜三郎 (外 1 名)

(54) 【発明の名称】 化合物半導体の気相成長装置及び気相成長方法

(57) 【要約】 (修正有)

【構成】 化合物半導体の気相成長装置において、反応管外殻の水冷室 3 a, 3 b, 3 c を原料ガスの流れ方向に 3 分割する。そして成膜の間に 3 分割された中央の水冷室の冷却水を抜き、反応管を加熱することにより内殻の壁面に付着した付着物を除去する。

【効果】 反応管交換サイクルが長くなるため、装置の高効率使用、危険作業の低減、また反応管取付直後の成膜の不安定性を減らすことが可能で、高品質、高歩留りで半導体基板の供給が出来る。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 横型でかつガラス製二重管を有し、該ガラス製二重管の外殻には冷却水を流し該ガラス製二重管の内殻の壁面を冷却する化合物半導体の気相成長装置において、該ガラス製二重管の外殻は横方向に 3 分割してなることを特徴とする化合物半導体の気相成長装置。

【請求項 2】 化合物半導体の気相成長方法において、

(1) 3 分割された該ガラス製二重管の外殻の 3 室全てに冷却水を流し、気相成長を任意回数行い、(2) 該 3 分割された該ガラス製二重管の外殻のうち両端の 2 室に冷却水を流し、該ガラス製二重管を加熱し、(3) 前記 (1)、(2) を任意回数繰り返す、ことを特徴とする化合物半導体の気相成長方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は化合物半導体の気相成長装置および気相成長方法に関し、特に横型反応炉を有する化合物半導体の有機金属気相成長装置および気相成長方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 GaAs などの III-V 族化合物半導体は半導体レーザー素子、HEMT などの材料として用いられる。III-V 族化合物半導体のエピタキシャル成長方法には液相エピタキシャル成長法、気相エピタキシャル成長法、分子線エピタキシャル成長法があるが、この中で気相エピタキシャル成長法である有機金属気相成長法は均一性の良い膜の成長が可能であり、また薄膜制御が可能であると言った特徴を有し、量産向きの成長方法であるといえる。

【0003】 有機金属気相成長装置のうち一つのとして横型装置がある。図 3 は従来の横型気相成長装置の構成概略断面図を示したものである。例えば GaAs の成長については III 族の原料としてトリメチルガリウム、V 族の原料として AsH₃ ガスを用いる。これらの原料は H₂ などのキャリアガスで希釈され、ガス導入管 7 から反応部へ輸送される。基板 13 の加熱方式として RF コイル 6 による高周波誘導加熱方式が取られる。この方式を取る理由は、構成が簡単であり、気相成長に必要な 800℃ 程度の温度が比較的簡単に得られ、また反応部にヒーターなどの異物を装着する必要が無いため、汚染の心配が無いからである。このため反応部は石英などのガラス反応管 1 で構成される。ガラス反応管 1 は二重管となっており内殻 2 と外殻 3 から構成される。外殻 3 には例えば冷却水入口 4 と冷却水出口 5 があり、内殻 2 の壁面を冷却する。このように内殻 2 の外壁を冷却するコールドウォールにする理由は外壁の加熱による汚染物質の発生を防ぐためである。基板ホルダー 12 は RF コイル 6 の作る円内に配置され高周波誘導加熱により加熱され、基板 13 付近に輸送された原料は熱分解反応により GaAs が生成され基板 13 にエピタキシャル成長さ

れる。反応部のガス圧力は常圧または減圧状態で行われ、真空ポンプ 14 によりガスは排気される。また試料交換室、搬送室を有するチャンバー 9、ガス導入部はステンレス鋼などの金属で作製され、ガラス製反応管 1 とは Oリング 9、10 を介してシールされ、外気と遮断されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 横型気相成長装置は膜厚、膜質の面内均一性が良い利点を持つが、問題は内殻壁面からのゴミの落下によるパーティクルの発生が避けられないことである。特に前述したコールドウォールの場合、熱分解された原料の内殻壁面への再付着が激しい。このため、成長方法にもよるが、約 20 回の成膜回数で、ガラス製反応管を取り外し、洗浄する必要がある。この作業は時間的ロスも大きく、また原料に毒性があるため作業者に取って危険が大きい。

【0005】 さらに反応管交換に際し、反応部が一度大気さらされるため、交換直後では残留酸素、残留水分がかなり存在する。このため真空バークアウトなどの方法により残留酸素、残留水分除去を行うが、成膜可能なレベルに達するまで数～数十時間を要する。また成膜開始後も 5 回程度の成膜回数以後でないと膜質が安定しない。これは内殻壁面に付着物がある程度付着しないと内殻壁面からの不純物の影響が膜質に反映するからである。

【0006】 このように、反応管を洗浄するための作業を一回行うと時間的ロスが大きく、生産性が著しく低下し、作業への危険度も高まる。

【0007】 そこで、本発明は従来のこのような問題点を解決し、生産性を損なう事なく、作業への危険度の高い反応管交換作業を減らすことのできる化合物半導体の気相成長装置、並びに気相成長方法を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】 以上のような問題点を解決するため、本発明の化合物半導体の気相成長装置及び気相成長方法は次に示す特徴を有する。

【0009】 横型でかつガラス製二重管を有し、該ガラス製二重管の外殻には冷却水を流し該ガラス製二重管の内殻の外壁を冷却する化合物半導体の気相成長装置において、該ガラス製二重管の外殻は横方向に 3 分割してなることを特徴とする。

【0010】 さらに化合物半導体の気相成長方法において、(1) 3 分割された該ガラス製二重管の外殻の 3 室全てに冷却水を流し、気相成長を任意回数行い、(2) 該 3 分割された該ガラス製二重管の外殻のうち両端の 2 室に冷却水を流し、該ガラス製二重管を加熱し、(3) 前記 (1)、(2) を任意回数繰り返す、ことを特徴とする。

【0011】

【実施例】本発明の実施例を図面を用いて説明する。

【0012】図1は本発明の化合物半導体の気相成長装置の構成概略断面図である。

【0013】気相成長のための原料は、例えばGaAsの成長についてはIII族の原料としてトリメチルガリウム、V族の原料としてAsH₃ガスを用いる。これらの原料はH₂などのキャリアガスで希釈され、ガス導入管7から反応部へ輸送される。基板13付近に輸送された原料は800℃程度に加熱され、熱分解反応によりGaAsが生成され基板13にエピタキシャル成長される。基板13の加熱方式としてRFコイル6による高周波誘導加熱方式が取られる。この方式を取る理由は、構成が簡単であり、気相成長に必要な800℃程度の温度が比較的簡単に得られ、また反応部内にヒーターなどの異物を装着する必要が無いため、汚染の心配が無いからである。このため反応部は石英などのガラス反応管1で構成される。ガラス反応管1は二重管となっており内殻2と外殻から構成される。外殻は内殻2の壁面を冷却するものであるが、これは内殻外壁の加熱による汚染物質の発生を防ぐためである。基板13は基板ホルダー12上に置かれ、基板ホルダー12は高純度のカーボングラファイトなどが用いられる。また反応部のガス圧力は常圧または減圧状態で行われ、真空ポンプ14により残ガスは排気される。

【0014】横型気相成長装置の問題点は前述のように壁面に付着するゴミの落下によるパーティクルの発生である。そしてこのために反応管1を取り外し洗浄する作業は生産性を低下させ、危険度が大きい。反応管1を取り外さずに壁面のゴミを除去できれば、生産性の低下を防ぐことが出来る。このための解決策は、反応管1の内殻2の外壁を加熱し、付着物を再分解させればよい。具体的には反応管の外殻の冷却水を抜き、高周波誘導加熱を行えばよいが、この時問題となるのが、反応管1とチャンパー9、ガス導入部のフランジ8とのシール部10、11が加熱されてしまうことである。シール10、11にはOリングが用いられる。反応管が石英ガラスの場合、熱伝導率は約 $2\text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ でそれほど大きくないが、高温、長時間の加熱を行えば、Oリングが変質してしまう温度に十分達し、シールが破損してしまう。チャンパー9、フランジ8側で冷却を行う方法もあるが、この場合、シール付近での急激な熱変化による熱ストレスが発生し、ガラス反応管1が損傷、破壊する事故が起きる。

【0015】本発明の気相成長装置はガラス反応管1の外殻が原料ガスの流れの方向に沿って三室(図1中3a、3b、3c)に分割されて、中央の部屋3bの位置する内殻に基板ホルダー12、また外周には高周波コイル6が配置される。そして、それぞれの部屋3a、3b、3cには冷却水の流入口4a、4b、4c、冷却水流出口5a、5b、5cが設けられており、各部屋独立

に冷却の有無をコントロールできる構造となっている。

【0016】そして、ガラス反応管1の内殻2に付着する付着物の除去を以下の2つの理由からガラス反応管1の外殻3bに接する内殻の壁面の加熱により行う。

【0017】一つはガラス反応管の加熱による熱分布をガラス反応管内に持たせ、シール部における熱分布をなくすること。

【0018】もう一つは基板13へ影響をおよぼすパーティクルは殆ど全てが基板ホルダー12直上に付着するゴミに起因するものであり、それより上流側(3a付近)は熱分解が起らない領域のため付着物はほとんどなく、下流側(3c側付近)は、層流が形成されていれば、付着物の落下があってもより下流側に落下するだけで基板13には影響はない。

【0019】そこで気相成長の方法のシーケンスを以下のようにする。

【0020】(a) 通常の気相成長ではガラス反応管1の外殻三室3a、3b、3c全てに冷却水を流す。これは気相成長の膜厚、膜質の均一性に必要な層流状態を得るためには可能な限り壁面の温度分布を少なくすることが必要であるからである。

【0021】(b) そして、気相成長の間に外殻三室のうち3a、3cには冷却水を流し、3b内の冷却水を抜いておく。この状態で高周波誘導加熱を行う。これにより3bに接する内殻の壁面は加熱され、付着物は再分解し壁面から分離する。一方、3a、3cは冷却しているため、この加熱によりシール部10、11に熱的悪影響を及ぼすことはない。

【0022】以上(a)、(b)を繰り返せば、ガラス反応管1を取り外す事なく、内殻2の付着物を除去でき、気相成長を繰り返すことが出来る。

【0023】図1の気相成長装置により上記シーケンスで気相成長を行い、膜質の評価を行った実施例について以下説明する。

【0024】図2は成膜回数に対するGaAsの移動度(室温)を本発明と従来例について調べたものである。

【0025】具体的な成長条件、成長シーケンスを以下に記す。

【0026】GaAsの気相成長条件は本発明、従来例とも共通で、III族原料としてトリメチルガリウム、供給量 $2 \times 10^{-3} \text{ mol/min}$ 、V族原料としてAsH₃ガス、供給量 $2 \times 10^{-3} \text{ mol/min}$ 、キャリアガスとして水素ガスを用い、全流量 4000 cc/min 、管内圧力 80 Torr 、基板温度 750°C で約 $2 \mu\text{m}$ の成膜を行った。

【0027】従来方法は、約20回の成長で基板へのパーティクル付着が多くなるため、ここで反応管を取り外し、洗浄を行う。そして反応管洗浄取付後、 120°C で真空ベークアウト8時間の後気相成長を行う。

【0028】本発明の方法は、10回の気相成長の後、

反応管の外径3a、3b、3cの内3a、3cに冷却水を流し、3bは抜いておく。この状態で、反応室内に水素ガスを2000cc/minで流し、管内圧力10 Torrで700℃で2時間、3bに接する内殻の壁面を加熱する。加熱終了後、反応管の外径3a、3b、3c全てに冷却水を流し、気相成長を10回行い、その後上記操作を繰り返す。

【0029】III-V族化合物半導体の有機金属気相成長では、良好な膜質を得るためにV族原料過剰の状態で行う。本実施例においてもV/III=1000の条件で行っている。このため反応管の内殻の壁面に付着する付着物はほとんどがAsである。本実施例における700℃の加熱によりAsは昇華される。また水素ガスを流す理由は、粘性流の状態におき、昇華したAsが上流側に再付着するのを防ぐためである。

【0030】さて、図2において、横軸は成膜回数、縦軸は移動度($\text{cm}^2 \text{V}^{-1} \text{sec}^{-1}$)であり、点線で示した結果が従来方法によるもの、実線で示したものが本発明の方法によるものである。

【0031】本発明の方法では、60回の成膜を反応管を取り外さずに行い、その間10回おきに上記方法で壁面の付着物の除去を行った。その結果、基板へ付着するパーティクルは許容レベル内にあった。移動度は最初の5回の成膜を除いてほぼ安定して8000 $\text{cm}^2 \text{V}^{-1} \text{sec}^{-1}$ のものが得られた。

【0032】一方、従来方法では、60回の成膜の間に2回の反応管の取り外し洗浄が必要となる。そして反応管取付直後5回程度の成膜では移動度が低い。5回から15回目あたりの成膜では移動度は安定している。15回を過ぎた当りからは基板へ付着するパーティクルが増加し、この影響で移動度の低下が見られ、反応管の洗浄が必要となる。

【0033】このように従来方法では、60回の成膜のうち移動度の安定した良好なものは、30回程度であるのに対し、本発明の方法では55回程度と大幅に歩留りが向上する。さらに従来方法では反応管取り外し、洗浄、取り付けに要する時間が付加されるため、時間軸で見した場合も本発明において大幅な改善がなされる。

【0034】さらに本発明者は、本発明の気相成長装置および気相成長方法により半導体レーザ用のダブルヘテロ構造の基板を作製した。一回の成膜ごとに反応管の内殻の壁面の付着物を取り除く操作を行い、40枚の基板を作製した。これらの基板で半導体レーザ素子を作製した結果、従来方法に比べ50%の歩留り向上が見られた。

【0035】以上本発明の実施例では、GaAsとダブルヘテロ構造の成膜について説明を行ったが、この限りではない。III-V族化合物半導体では、III族としてAl、Ga、In、V族としてAs、Pにより構成

される、二元系あるいは多元系の化合物半導体についても適用される。さらにIII-V族化合物半導体についても同様に適用される。

【0036】

【発明の効果】以上、本発明は横型の化合物半導体の気相成長装置及び気相成長方法において以下の効果を有する。

【0037】(1) 反応管の水冷室を3分割することにより、中央の水冷室の冷却水を抜き、両側の水冷室に冷却水を流す操作が可能となる。この結果、反応管の両端の温度上昇を防ぎながら、反応管中央付近の加熱ができ、内殻の壁面の付着物を除去できる。このため反応管の両端をシールしているOリングの熱変質によってシールが破れるといった事故を回避することが出来る。

【0038】(2) 反応管を取り外すことなく内殻の壁面のクリーニングが出来るため、反応管交換のサイクルを長くすることが出来る。この結果、反応管取り外し、洗浄、取り付けの作業回数が減り、装置の効率的な使用が可能となる。

【0039】(3) さらに反応管取り外し、洗浄、取り付けの作業は、原料に毒性物質を使用していることから危険性が高い。本発明によれば、この作業を減らすことが出来るため、より安全な装置運用が可能となる。

【0040】(4) また反応管交換のサイクルが長くなるため、反応管装着後の数回の成膜に見られる膜質悪化などの不安定な要素を減らすことが可能となる。この結果、高品質で、高い歩留りで半導体レーザ素子やHEMT素子などの用途のウェハを供給することが出来る。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の化合物半導体の気相成長装置の構成概略断面図。

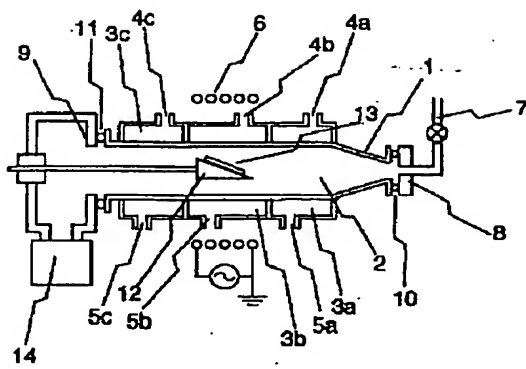
【図2】本発明と従来例について成膜回数に対するGaAsの移動度(室温)を調べた図。

【図3】従来の化合物半導体の気相成長装置の構成概略断面図。

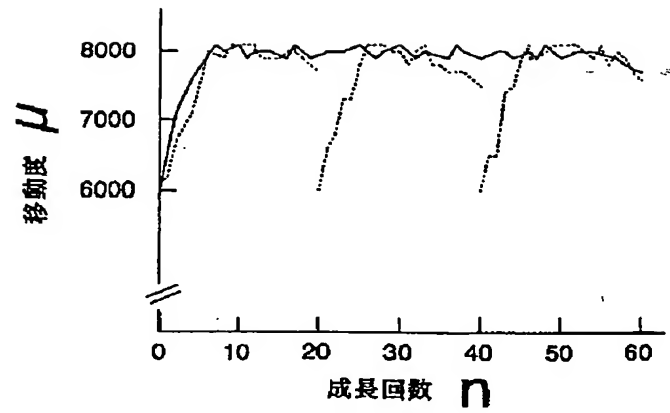
【符号の説明】

- 1・・・ガラス製反応管
- 2・・・内殻
- 3、3a、3b、3c・・・外殻(水冷室)
- 4、4a、4b、4c・・・冷却水流入口
- 5、5a、5b、5c・・・冷却水流出口
- 6・・・高周波コイル
- 7・・・ガス導入口
- 8・・・ガス導入口フランジ
- 9・・・チャンバー
- 10、11・・・Oリング
- 12・・・基板ホルダー
- 13・・・基板
- 14・・・真空ポンプ

【図1】



【図2】



【図3】

